



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 40 34 305 A 1**

⑤ Int. Cl.⁵:
C 07 C 51/41
C 07 C 53/00
C 07 C 55/02
B 01 J 31/04

⑳ Aktenzeichen: P 40 34 305.7
㉑ Anmeldetag: 29. 10. 90
㉒ Offenlegungstag: 30. 4. 92

DE 40 34 305 A 1

㉓ Anmelder:
Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

㉔ Erfinder:
Breuer, Wolfgang, Dr., 4000 Düsseldorf, DE; Rath, Hans-Christian, Dr., 4019 Monheim, DE

⑤4 **Hydrophobisierte Doppelschichthydroxid-Verbindungen, Verfahren zur Herstellung und ihre Verwendung als Alkoxylierungskatalysatoren**

⑤7 Die Erfindung beschreibt neue hydrophobisierte Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel I, ein Verfahren zur Herstellung der hydrophobisierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen durch Umsetzung von Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel II mit Mono- und/oder Dicarbonsäuren in einem organischen Lösungsmittel oder in einem Knetter sowie die Verwendung der Verbindungen der allgemeinen Formel I als Alkoxylierungskatalysator für Verbindungen mit aktiven H-Atomen oder für Fettsäureester.

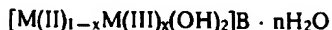
DE 40 34 305 A 1

DE 40 34 305 A1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft neue hydrophobierte Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel I, ein Verfahren zur Herstellung dieser Verbindungen durch Umsetzung von Verbindungen der allgemeinen Formel II mit aliphatischen Mono- und/oder Dicarbonsäuren in einem organischen Lösungsmittel oder in einem Knetter sowie die Verwendung der hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen als Alkoxylierungs- katalysatoren für Verbindungen mit aktiven H-Atomen oder für Fettsäureester.

Zwei-dimensionale anorganische Polykationen mit innerkristallinem Ladungsausgleich durch bewegliche Zwischenschichtanionen sind auch unter der Bezeichnung "Doppelschichthydroxid-Verbindungen" bekannt und mehrfach in der Literatur beschrieben. Verwiesen wird z. B. auf R. Allmann, "Doppelschichtstrukturen mit brucitähnlichen Schichtionen", Chimia 24, 99 bis 108 (1970). Chemisch stellen diese Verbindungen gemischte Hydroxosalze 2- und 3wertiger Metallionen dar und lassen sich durch die allgemeine Formel charakterisieren:



wobei

M(II) für mindestens ein 2wertiges Metallion,

M(III) für mindestens ein 3wertiges Metallion und

B für ein Äquivalent einer ein- und/oder mehrbasischen, anorganischen Säure

stehen und

x eine Zahl von 0,2 bis 0,4 sowie

n eine Zahl von 0 bis 10 bedeuten.

Einige Eigenschaften dieser Verbindungsklasse, etwa deren Verwendung als Katalysatormaterial, als Ionen-austauscher und einige medizinische Anwendungen wurden von W. T. Reichle zusammenfassend beschrieben ("Anionic Clay Minerals", CHEMTECH, Jan. 1986, S. 58 bis 63). Verschiedene Möglichkeiten zur technischen Herstellung dieser Verbindungen werden in der DE-OS 20 61 156 angegeben.

Ein gut charakterisierter Vertreter dieser Stoffgruppe ist der als Mineral in der Natur vorkommende Hydro-talcit. Es sind auch synthetisch hergestellte Hydrotalcite bekannt, die z. B. in den DE-C-15 92 126, DE-A-33 46 943, DE-A-33 06 822 und EP-A-2 07 811 beschrieben sind, Hydrotalcit ist ein natürliches Mineral mit der Idealformel



dessen Struktur von derjenigen des Brucits ($Mg(OH)_2$) abgeleitet ist. Brucit kristallisiert in einer Schichtstruktur mit den Metallionen in Oktaederlücken zwischen zwei Schichten aus dichtgepackten Hydroxylionen, wobei nur jede zweite Schicht der Oktaederlücken besetzt ist. Im Hydrotalcit sind einige Magnesiumionen durch Aluminiumionen ersetzt, wodurch das Schichtpaket eine positive Ladung erhält. Diese wird durch die Anionen ausgeglichen, die sich zusammen mit zeolithischen Kristallwasser in den Zwischenschichten befinden.

Als weitere typische Vertreter dieser Stoffgruppe seien

Magaldrat mit der Idealformel $[Mg_{10}Al_5(OH)_{31}](SO_4)_2 \cdot nH_2O$,

Pyroaurit mit der Idealformel $[Mg_6Fe_2(OH)_{16}]CO_3 \cdot 4,5H_2O$ und

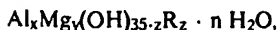
Hydrocalumit mit der Idealformel $[Ca_2Al(OH)_6]NO_3 \cdot nH_2O$

genannt.

Calcinierte Hydrotalcite sind bereits als Ethoxylierungs- und Propoxylierungskatalysatoren mit ausgezeichneten Ergebnissen eingesetzt worden, vgl. DE-A 38 43 713. Sie weisen allerdings den Nachteil auf, daß sie aus den natürlichen und synthetischen Hydrotalciten durch mehrstündiges Erhitzen auf Temperaturen von z. B. 400 bis 600°C, in eine für katalytische Zwecke geeignete, calcinierte Form überführt werden müssen. Weiterhin sind calcinierte Verbindungen anfällig gegen Wasserspuren und das Kohlendioxid aus der Luft (Rückreaktion der Calciniierung), so daß ihr Anwendungsbereich und ihre Lagerstabilität infolge des Aktivitätsverlustes begrenzt sind.

Hydrophobierte Hydrotalcite, die durch die Behandlung von Hydrotalcit mit Anionen von Säuren, z. B. Fettsäuren, entstehen, werden gemäß den DE-C-30 19 632, US 47 61 188, EP-A-1 42 773, EP-A-1 89 899 bzw. EP-A-2 56 872 bereits als Stabilisatoren für thermoplastische Harze eingesetzt. Bei dieser Oberflächenbehandlung wird mit anionischen, oberflächenaktiven Mitteln in einer Menge von 1 bis 10 Gew.-% — bezogen auf den Hydrotalcit — gearbeitet.

Aus der Lehre der DE-A 37 31 919 ist weiterhin bekannt, daß man Verbindungen der allgemeinen Formel



worin R das Anion einer Monocarbonsäure bedeutet, als Verdickungs-, Thixotropierungs-, Stabilisierungs- oder Antiabsetzmittel einsetzen kann. Die in dieser Offenlegungsschrift offenbarten Verbindungen werden durch einen vollständigen Austausch von Sulfationen gegen Monocarbonsäureanionen mittels einer wäßrigen Suspension des Alkalisalzes der Monocarbonsäure hergestellt.

In der noch nicht veröffentlichten deutschen Patentanmeldung P 40 10 606.3 der Anmelderin werden hydrophobierte Hydrotalcit-Verbindungen der allgemeinen Formel

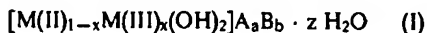


DE 40 34 305 A1

in der A für ein Dianion einer aliphatischen Dicarbonsäure oder für zwei Monoanionen einer aliphatischen Monocarbonsäure stehen, als Alkoxylierungskatalysatoren beschrieben.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand nunmehr darin, neue hydrophobierte Doppelschichthydroxid-Verbindungen zur Verfügung zu stellen, in denen das dreiwertige Aluminium bzw. zweiwertige Magnesium gegen gleichwertige Metallkationen ersetzt wird und das Verhältnis des auszutauschenden Anions B zum hydrophobierend wirkenden Anion A variiert werden kann. Weiterhin sollten bekannte Doppelschichthydroxid-Verbindungen, die bisher weder in reiner Form noch durch Calcinierung als Katalysator für Alkoxylierungsreaktionen in Frage kamen, durch Hydrophobierung in eine aktive Katalysatorform überführt werden.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind dementsprechend hydrophobierte Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel I



in der M(II) ein zweiwertiges Metallkation, ausgewählt aus der von Magnesium, Zink, Calcium, Eisen, Cobalt, Kupfer, Cadmium, Nickel und Mangan gebildeten Gruppe, bedeutet,

in der M(III) ein dreiwertiges Metallkation, ausgewählt aus der von Aluminium, Eisen, Chrom, Mangan, Wismut und Cer gebildeten Gruppe, bedeutet,

in der A für ein Äquivalent eines Monoanions einer aliphatischen Monocarbonsäure mit 2 bis 34 C-Atomen oder für ein Äquivalent eines Dianions einer aliphatischen Dicarbonsäure mit 4 bis 44 C-Atomen steht,

in der B ein Anion, aus der von Carbonat, Hydrogencarbonat, Sulfat, Nitrat, Nitrit, Phosphat, Hydroxid und Halogeniden gebildeten Gruppe, bedeutet und in der die Bedingungen

$$0,1 \leq x \leq 0,5$$

$$0 < a \leq 0,5$$

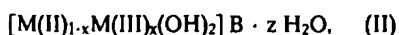
$$0 \leq b \leq 0,5$$

$$0 < a + b \leq 0,5$$

$$0 \leq z \leq 10$$

gelten, wobei Verbindungen, die die Kombinationen von Magnesium und Aluminium mit Carbonat und/oder Sulfat enthalten, ausgeschlossen sind.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel I, dadurch gekennzeichnet, daß man Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel II



in der M(II), M(III), B, x und z die in Anspruch 1 genannte Bedeutung besitzen, ausschließlich der Verbindungen, die die Kombination von Magnesium und Aluminium mit Carbonat und/oder Sulfat enthalten, mit wenigstens einer aliphatischen Monocarbonsäure mit 2 bis 34 C-Atomen und/oder wenigstens einer aliphatischen Dicarbonsäure mit 4 bis 44 C-Atomen entweder

a) in einem organischen Lösungsmittel umgesetzt und das Lösungsmittel durch Trocknen bei 20 bis 150°C entfernt oder

b) durch Rühren oder Kneten direkt miteinander umgesetzt oder

c) die Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel II mit einem Alkali- und/oder Erdalkalimetallsalz der Mono- und/oder Dicarbonsäuren in wäßriger Suspension umgesetzt.

Die Anionen A der Monocarbonsäuren, die für die Hydrophobierung von Doppelschichthydroxid-Verbindungen eingesetzt werden können, sind z. B. diejenigen der Monocarbonsäuren mit 2 bis 34 C-Atomen, vorzugsweise Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen natürlicher oder synthetischer Herkunft, insbesondere geradkettige, gesättigte oder ungesättigte Fettsäuren einschließlich technischer Gemische derselben, wie sie durch Fettspaltung aus tierischen und/oder pflanzlichen Fetten und Ölen zugänglich sind, z. B. aus Kokosöl, Palmkernöl, Palmöl, Soyaöl, Sonnenblumenöl, Rüböl, Baumwollsaatöl, Fischöl, Rindertalg und Schweineschmalz; spezielle Beispiele sind Capryl-, Caprin-, Laurin-, Laurolein-, Myristin-, Myristolein-, Palmitin-, Palmitolein-, Öl-, Elaidin-, Arachin-, Gadolein-, Behen-, Brassidin- und Erucasäure; weiterhin methylverzweigte, gesättigte und ungesättigte Fettsäuren mit 10 bis 22 Kohlenstoffatomen, die bei der Dimerisierung von den entsprechenden ungesättigten Fettsäuren als Nebenprodukte entstehen. Es können aber auch Monocarbonsäuren mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen, wie vorzugsweise Essigsäure oder Propionsäure eingesetzt werden. Besonders bevorzugt werden allerdings Laurinsäure und Stearinsäure eingesetzt.

Typische Beispiele für Dicarbonsäuren A, die für die Hydrophobierung von Doppelschichthydroxid-Verbindungen geeignet sind, sind Bernsteinsäure, Maleinsäure, Fumarsäure, Adipinsäure, Pimelinsäure, Suberinsäure (Korksäure), Sebacinsäure und dergleichen; weiterhin auch sogenannte Dimerfettsäuren, die z. B. aus Öl- oder Tallölfettsäuren erhalten werden können und bis zu 44 Kohlenstoffatome aufweisen. Weiterhin können die

DE 40 34 305 A1

Dimerisierungsprodukte von gesättigten, einfach und/oder mehrfach ungesättigten C₁₆ bis C₂₂-Monomereffettsäuren, wie Palmitoleinsäure, Ölsäure, Gadoleinsäure, Erucasäure, Ricinolsäure, Linolsäure, Linolensäure, Arachidonsäure und Behensäure eingesetzt werden.

In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden zur Hydrophobierung der Doppelschichthydroxid-Verbindungen die Anionen A von Monocarbonsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen oder von Dicarbonsäuren einschließlich Dimerettsäuren, mit 8 bis 36 Kohlenstoffatomen eingesetzt.

Im Sinne der vorliegenden Erfindung werden die Anionen B, je nach der Herkunft der Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel II, aus der von Carbonat, Hydrogencarbonat, Sulfat, Nitrat, Nitrit, Phosphat, Hydroxid und Halogeniden gebildeten Gruppe ausgewählt.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung soll in den hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel I das Zahlenverhältnis von a zu b im Bereich von 0,49 : 0,01 bis 0,05 : 0,45, insbesondere von 0,3 : 0,02 bis 0,05 : 0,25, liegen. Erfindungsgemäß wird ein hoher Austausch- bzw. Hydrophobierungsgrad in den Verbindungen der allgemeinen Formel I angestrebt, so daß möglichst alle ein- oder mehrbasischen, anorganischen Anionen B in den Verbindungen der allgemeinen Formel I ausgetauscht werden. Eine vollständige Hydrophobierung tritt erfindungsgemäß insbesondere in den Fällen ein, in denen a > x erreicht wird.

Deswegen sind auch hydrophobierte Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel I bevorzugt, die, bezogen auf ihr Gesamtgewicht, 15—70 Gew.-%, insbesondere 20 bis 50 Gew.-% der Anionen A von Monocarbonsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen oder 10 bis 60 Gew.-%, insbesondere 15 bis 50 Gew.-% der Dianionen A der Dicarbonsäuren mit 8 bis 36 Kohlenstoffatomen enthalten.

Die Herstellung der hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen kann auf verschiedenen Wegen erfolgen, z. B. durch direkte Umsetzung von natürlichen oder synthetischen Doppelschichthydroxid-Verbindungen mit Mono- und/oder Dicarbonsäuren im Knetzer oder in Anwesenheit von organischen Lösungsmitteln sowie durch Umsetzung der Doppelschichthydroxid-Verbindungen mit einer wäßrigen Suspension eines Mono- und/oder Dicarbonsäuresalzes.

In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden die hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen in einem niedrigsiedenden organischen Lösungsmittel, vorzugsweise Alkohole mit 1 bis 6 C-Atomen, offenkettige und cyclische Ether und/oder Ketone, durch Umsetzung von Monocarbonsäuren und/oder Dicarbonsäuren mit den Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel I hergestellt. Besonders bevorzugt wird die Hydrophobierung in iso-Propanol, Diethylether, Tetrahydrofuran und/oder Aceton durchgeführt.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird mit einem Molverhältnis zwischen der eingesetzten Doppelschichthydroxid-Verbindung und der Monocarbonsäuren (bzw. Dicarbonsäure) von 6 : 1 (3 : 1) bis 1 : 10 (1 : 5), vorzugsweise 3 : 1 (1,5 : 1) bis 1 : 3 (1 : 1,5) gearbeitet. Wie dem Fachmann bekannt ist, wird man das Molverhältnis auf die beim Austausch zur Verfügung stehenden Anionen der jeweilig eingesetzten Doppelschichthydroxid-Verbindungen einstellen müssen.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann bei Temperaturen von 20 bis 120°C, vorzugsweise bei 40 bis 100°C durchgeführt werden, wobei man im allgemeinen die Doppelschichthydroxid-Verbindung und die Carbonsäure (bzw. Dicarbonsäure) für 0,5 bis 8 Stunden, vorzugsweise 1 bis 6 Stunden, im jeweiligen organischen Lösungsmittel unter Rückfluß erhitzt.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird das organische Lösungsmittel in 0,5 bis 3 Stunden, vorzugsweise 1 bis 2 Stunden, bei Temperaturen von 20 bis 150°C, vorzugsweise 50 bis 120°C, entfernt.

Die erfindungsgemäßen, hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen können weiterhin auch durch direkte Umsetzung von Doppelschichthydroxid-Verbindungen mit Mono- und/oder Dicarbonsäuren ohne Zusatz eines Lösungsmittels mit einem beliebigen Rührwerkzeug, vorzugsweise einem Knetzer, erhalten werden.

Prinzipiell lassen sich die erfindungsgemäßen Verbindungen der allgemeinen Formel I auch analog dem aus der Lehre der DE-A-37 31 919 bekannten Verfahren durch Umsetzung von Doppelschichthydroxid-Verbindungen mit einer wäßrigen Suspension eines Alkali- und/oder Erdalkalimetallsalzes, vorzugsweise Natriumsalze einer Mono- und/oder Dicarbonsäure, herstellen.

Schließlich können die hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen auch aus calzinieren Doppelschichthydroxid-Verbindungen durch Umsetzung derselben mit den Mono- oder Dicarbonsäuren erhalten werden; dabei können unter Luft- bzw. CO₂-Ausschluß oder in Gegenwart von Kohlendioxid carbonatfreie oder carbonathaltige Produkte erhalten werden.

Anhand von Röntgenbeugungsdiagrammen könnte gezeigt werden, daß in den hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen die Schichtstruktur unter Aufweitung der Schichtabstände erhalten geblieben ist.

Der stöchiometrische Wassergehalt der hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen kann — in Abhängigkeit von der Art der Herstellung und den Trocknungsbedingungen — im Bereich von 0 bis 10 Moleküle liegen; bevorzugt ist ein Bereich von 0 bis 4 Molekülen, der sich im allgemeinen einstellt, wenn man die hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen bei Temperaturen im Bereich 100 bis 250°C, vorzugsweise von 150 bis 220°C bis zur Gewichtskonstanz trocknet, so daß eine besonders hohe katalytische Aktivität gewährleistet werden kann.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung betrifft die Verwendung von hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel I, ausschließlich der Verbindungen, die die Kombination von Magnesium und Aluminium mit Carbonat enthalten, als Alkoxylierungskatalysator für Verbindungen mit aktiven H-Atomen oder für Fettsäureester.

Die vorliegende Erfindung beruht dabei auf der Erkenntnis, daß sich hydrophobierte Doppelschichthydroxid-Verbindungen für die Ethoxylierung bzw. Propoxylierung von Verbindungen mit aktiven H-Atomen sowie von

DE 40 34 305 A1

Fettsäureestern eignen; diese Erkenntnis ist überraschend, denn unbehandelte natürliche bzw. synthetische Doppelschichthydroxid-Verbindungen, d. h. solche in nicht-calcinierter Form, als auch eine Vielzahl von calcinierten Verbindungen sind als Ethoxylierungs- bzw. Propoxylierungskatalysatoren nicht aktiv.

Unter Verbindungen mit aktiven H-Atomen im Sinne der Erfindung sind z. B. Fettalkohole, Fettsäuren und Amine zu verstehen, die bei der Ethoxylierung bzw. Propoxylierung nichtionische Detergentien bilden. Ein typisches Beispiel hierfür ist die Umsetzung von Fettalkoholen mit üblicherweise 10 bis 18 Kohlenstoffatomen mit Ethenoxid und/oder Propylenoxid in Gegenwart von Katalysatoren, wobei die Fettalkohole mit mehreren Molekülen Ethenoxid und/oder Propylenoxid reagieren.

Als Katalysatoren für die vorgenannte Polyalkoxylierung sind hierfür u. a. die folgenden eingesetzt worden:

Calcium- und Strontiumhydroxide, -alkoxide und -phenoxide (EP-A-00 92 256),
Calciumalkoxide (EP-A-00 91 146),
Bariumhydroxid (EP-B-01 15 083),
basische Magnesiumverbindungen, z. B. Alkoxide (EP-A-00 82 569),
Magnesium- und Calciumfettsäuresalze (EP-A-0 85 167).

Die vorgenannten Katalysatoren weisen u. a. den Nachteil auf, daß sie schlecht in das Reaktionssystem einarbeitbar und/oder schwierig herstellbar sind. Gebräuchliche Polyalkoxylierungskatalysatoren sind weiterhin Kaliumhydroxid und Natriummethanolat.

Für Fettalkoholpolyalkoxylate ist eine enge Bandbreite des Polyalkoxylierungsgrades von besonderer Bedeutung, vgl. JAOCS, Vol. 63, 691—695 (1986), und HAPPI, 52—54 (1986). Die sogenannten "narrow-range"-Alkoxylate weisen demnach insbesondere die folgenden Vorteile auf:

- niedrige Fließpunkte
- höhere Rauchpunkte
- weniger Mole Alkoxid zum Erreichen der Wasserlöslichkeit
- weniger Hydrotupe für das Einbringen in flüssige Universalwaschmittel
- ein geringerer, durch Anwesenheit freier (nicht umgesetzter) Fettalkohole bedingter Geruch
- Reduzierung des Plumings beim Sprühtrocknen von Waschmittelslurries, die Fettalkoholpolyalkoxylat-Tenside enthalten.

Unter erfindungsgemäßer Verwendung hydrophobierter Doppelschichthydroxid-Verbindungen als Katalysatoren können Verbindungen mit aktiven H-Atomen und Fettsäureester bei kurzen Reaktionszeiten mit hohen Ausbeuten polyalkoxyliert werden; dabei weisen die Reaktionsprodukte eine enge Bandbreite bzw. Homologenverteilung auf, wobei die Verteilungskurve der nach Poisson berechneten sehr nahe kommt. Die erfindungsgemäß eingesetzten hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen weisen den Vorteil auf, daß sie in das Reaktionsgemisch der Alkoxylieung leicht eingearbeitet werden und wegen ihrer Unlöslichkeit in dem Reaktionsgemisch durch einfache Maßnahmen wieder abgetrennt werden können. Sie können jedoch auch in dem Reaktionsgemisch verbleiben, wenn ihre Anwesenheit bei der Weiterverwendung der Reaktionsprodukte nicht stört.

Beispiele für erfindungsgemäß unter Verwendung von hydrophobierten Doppelschichtverbindungen alkoxylbare Verbindungen sind im folgenden aufgeführt:

Fettsäuren:

Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen natürlicher oder synthetischer Herkunft, insbesondere geradkettige, gesättigte oder ungesättigte Fettsäuren einschließlich technischer Gemische derselben, wie sie durch Fettspaltung aus tierischen und/oder pflanzlichen Fetten und Ölen zugänglich sind, z. B. aus Kokosöl, Palmkernöl, Palmöl, Soyaöl, Sonnenblumenöl, Rüböl, Baumwollsaatöl, Fischöl, Rindertalg und Schweineschmalz; spezielle Beispiele sind Capryl-, Caprin-, Laurin-, Laurolein-, Myristin-, Myristolein-, Palmitin-, Palmitolein-, Öl-, Elaidin-, Arachin-, Gadolein-, Behen-, Brassidin- und Erucasäure; weiterhin methylverzweigte, gesättigte und ungesättigte Fettsäuren mit 10 bis 22 Kohlenstoffatomen, die bei der Dimerisierung von den entsprechenden ungesättigten Fettsäuren als Nebenprodukte entstehen, und Monocarbonsäuren mit 1 bis 7 Kohlenstoffatomen.

Hydroxyfettsäuren:

Natürliche oder synthetische Hydroxyfettsäuren, insbesondere mit 16 bis 22 Kohlenstoffatomen, z. B. Ricinolsäure oder 12-Hydroxystearinsäure.

Fettsäureamide:

Derivate der oben genannten geradkettigen, gesättigten oder ungesättigten Fettsäuren mit Ammoniak oder primären aliphatischen Aminen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen in dem aliphatischen Substituenten.

Alkanole:

Gesättigte oder ungesättigte Monoalkanole, insbesondere Hydrierungsprodukte der oben genannten geradkettigen, gesättigten oder ungesättigten Fettsäuren bzw. Derivate derselben wie Methylester oder Glyceride; aliphatische oder cyclische Alkanole mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen, z. B. Ethanol, Propanol, Butanol, Hexanol und Cyclohexanol; einschließlich der von den vorgenannten Monoalkanolen abgeleiteten Guerbet-Alkohole.

Alkylphenole:

DE 40 34 305 A1

Mono-, Di- oder Trialkylphenole, insbesondere mit 4 bis 12 Kohlenstoffatomen in den Alkylgruppen.

Polyglykole:

Polyethylen- oder Polypropylenglykole (durchschnittlicher Polymerisationsgrad 2 bis 2000).

Fettamine:

Insbesondere primäre Fettamine, die aus Nitrilen der oben genannten geradkettigen, gesättigten oder ungesättigten Fettsäuren oder den entsprechenden Fettalkoholen zugänglich sind; weiterhin auch Mono- und Dialkylamine mit $C_1 - C_6$ -Alkylgruppen.

Fettsäurealkanolamide:

Derivate der oben genannten geradkettigen, gesättigten oder ungesättigten Fettsäuren mit Mono- oder Dialkanolaminen, insbesondere Mono- oder Diethanolamin.

vicinale hydroxy- bzw. alkoxy-substituierte Alkane:

Ringöffnungsprodukte von 1,2-Epoxyalkangemischen mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen in der Kette mit mehrwertigen Alkanolen mit 2 bis 12 Kohlenstoffatomen und 2 bis 6 Hydroxylgruppen; diese Verbindungen jedoch nur, wenn sie mit Ethylenoxid oder zunächst mit Ethylenoxid und anschließend mit Propylenoxid umgesetzt werden.

Fettsäureester:

Ester, gebildet von den gegebenenfalls methylverzweigten Fettsäuren bzw. Monocarbonsäuren und Hydroxyfettsäuren gemäß der obigen Aufstellung und den Alkanolen der obigen Aufstellung; weiterhin Ester dieser Säuren mit Polyolen, z. B. mit Ethylenglykol, 1,2-Propylenglykol, 1,2-Butylenglykol, Neopentylglykol, Glycerin, Diglycerin, Triglycerin, Tetraglycerin, Trimethylolpropan, Di-trimethylolpropan, Pentaerythrit, Di-Pentaerythrit, und Zuckeralkohole, insbesondere Sorbitan.

Wie bereits eingangs ausgeführt wurde, können im Falle von Estern der obengenannten Fettsäuren mit den vorgenannten Polyolen diese auch als Partialester bzw. Partialester-enthaltende technische Estergemische, insbesondere in Form von Glyceriden, vorliegen.

Bevorzugte Fettsäureester für die erfindungsgemäße Ethoxylierung und/oder Propoxylierung sind von gesättigten oder ungesättigten, gegebenenfalls methylverzweigten oder gegebenenfalls hydroxysubstituierten Fettsäuren mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen mit Alkanolen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder mit Glycerin gebildet.

Die Struktur der erfindungsgemäß erhaltenen ethoxylierten bzw. propoxylierten Fettsäureester ist nicht immer eindeutig feststellbar. Während Ester aus Fettsäuren und Monoalkanolen bzw. Vollester derselben mit Polyolen unter Einschub von Ethylenoxy- und/oder Propylenoxy-Einheiten in die Esterbindung reagieren dürfen, läßt sich nicht feststellen, zu welchen Reaktionsprodukten die Reaktion von Ethylenoxid und/oder Propylenoxid mit Partialestern von Fettsäuren und Polyolen oder von hydroxy-substituierten Fettsäuren und Monoalkanolen führt; hier sind auch Reaktionen an den freien OH-Gruppen denkbar, und zwar insbesondere bei freien, primären OH-Gruppen.

Die erfindungsgemäß unter Verwendung von hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen herzustellenden Derivate sind handelsübliche Produkte, so daß sich eine nähere Erläuterung erübrigt. Sie werden durchweg durch Ethoxylierung und/oder Propoxylierung aktive Wasserstoffatome aufweisender Ausgangsverbindungen bzw. von Fettsäureestern hergestellt. Typische Vertreter sind beispielsweise ein Anlagerungsprodukt von 9 Mol Ethylenoxid an Kokosölfettsäure, ein Anlagerungsprodukt von 2 Mol Ethylenoxid an ein Fettalkoholgemisch der Kettenlänge C12—14, ein Anlagerungsprodukt von 3 Mol Ethylenoxid und 8 Mol Propylenoxid an ein Fettalkoholgemisch der Kettenlänge C12—18, ein Anlagerungsprodukt von 10 Mol Ethylenoxid an Nonylphenol, ein Anlagerungsprodukt von 7,3 Mol Ethylenoxid an Glycerin, ein Anlagerungsprodukt von 10 Mol Ethylenoxid an ein Diolgemisch, das durch Umsetzung eines 1,2-Epoxyalkangemisches der Kettenlänge C12—16 mit Ethylenglykol erhalten wurde, ein Anlagerungsprodukt von 12 Mol Ethylenoxid an ein Fettamingemisch der Kettenlänge C10—18 und ein Anlagerungsprodukt von 4 Mol Ethylenoxid an Kokosfettsäuremonoethanolamid; weiterhin Anlagerungsprodukte von 41 mol Ethylenoxid an Ricinusöl, Anlagerungsprodukte von 25 mol Ethylenoxid an gehärtetes Ricinusöl, Anlagerungsprodukte von 7 Gew.-Teilen Ethylenoxid an 10 Gew.-Teile eines Palmitinsäure-/Stearinsäuremono-/diglyceridgemisches mit einem Anteil von 40 bis 45 Gew.-% Monoglycerid und Anlagerungsprodukte von 20 mol Ethylenoxid an Sorbitanmonostearat.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung sind die unter Verwendung der hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen ethoxylierbaren bzw. propoxylierbaren Verbindungen mit aktiven H-Atomen aus der von Fettsäuren, Hydroxyfettsäuren, Fettsäureamiden, Alkanolen, Alkylphenolen, Polyglykolen, Fettaminen, Fettsäurealkanolamiden oder vicinal hydroxy- bzw. alkoxy-substituierten Alkanen gebildeten Gruppe ausgewählt.

Weiterhin bevorzugt ist, die hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen in einer Menge von 0,1 bis 3 Gew.-%, bezogen auf das Endprodukt der Ethoxylierung bzw. Propoxylierung, einzusetzen. Die Erfindung wird im folgenden anhand von bevorzugten Ausführungsbeispielen näher erläutert.

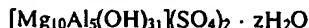
Beispiele

Beispiel 1

DE 40 34 305 A1

Umsetzung von Magaldrat mit Natriumlaurat

20 g Magaldrat (kommerzielles Produkt der Firma Giuliani) der Idealformel



5

wurden in 200 ml Wasser suspendiert und mit einer Lösung von 7,6 g Natriumlaurat in 70 ml Wasser versetzt und für 15 Stunden bei 70°C gerührt. Nach dem Abfiltrieren und Auswaschen wurde der weiße Niederschlag bei 200°C und 100 mbar getrocknet.

Auswaage: 20,2 g hydrophobierter Magaldrat

10

Analytik:

17,7% Mg; 9,5% Al; 18,7% C; 1,8% SO₄.

Mg/Al = 2,1; Al/Laurat = 2,71; 25,9 Gew.-% Laurat.

x = 0,33; a = 0,14; b = 0,04.

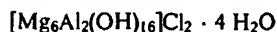
15

Beispiel 2

Umsetzung von chloridhaltigem Hydrotalcit mit Natriumlaurat

20 g chloridhaltigen Hydrotalcit der Idealformel

20



wurden in 200 ml Wasser suspendiert und mit einer Lösung aus 15 g Natriumlaurat in 100 ml Wasser versetzt und für 3 Stunden bei 70°C gerührt. Nach dem Abfiltrieren und Auswaschen wurde der Niederschlag bei 105°C und 100 mbar getrocknet. Als Katalysator wurde das Produkt bei 200°C und 100 mbar noch nachgetrocknet.

25

Auswaage: 26,3 g hydrophobierter Hydrotalcit.

Analytik:

12,7% Mg; 7,6% Al; 25,7% C; 0,5% Cl.

Mg/Al = 1,9; Al/Laurat = 1,58; 35,5 Gew.-% Laurat.

x = 0,35; a = 0,22; b = 0,02.

30

Beispiel 3

Umsetzung von nitrathaltigem Hydrotalcit mit Natriumlaurat

20 g eines getrockneten, nitrathaltigen Hydrotalcits der Idealformel

35



40

hergestellt durch Fällung einer Magnesium- und Aluminiumnitrat-Lösung mit überschüssigem Ammoniak, wurden in 200 ml Wasser suspendiert und mit einer Lösung aus 13,4 g Natriumlaurat in 100 ml Wasser versetzt und über Nacht bei 70°C gerührt. Nach dem Abfiltrieren und Auswaschen wurde der Niederschlag bei 105°C und 100 mbar getrocknet.

45

Auswaage: 27,4 g hydrophobierter Hydrotalcit.

Analysen:

17,3% Mg; 6,9% Al; 27,1% C; 6,8% H; 3,0% NO₃-.

Mg/Al = 2,78; Al/Laurat = 1,36; 37,5 Gew.-% Laurat.

x = 0,26; a = 0,19; b = 0,05.

50

Beispiel 4

Umsetzung von Pyroaurit mit Laurinsäure

10 g eines synthetischen Pyroaurits der Idealformel

55



60

wurden in 150 ml Isopropanol suspendiert und mit 6,05 g Laurinsäure in 50 ml Isopropanol bei Raumtemperatur versetzt. Es wurde auf Rückflußtemperatur erhitzt und für 5 h bei dieser Temperatur gehalten. Nach dem Abfiltrieren und Waschen mit Isopropanol wurde das Produkt bei 105°C und 100 mbar getrocknet.

65

Auswaage: 13,5 g hydrophobierter Pyroaurit.

Analysen:

16,8% Mg; 12,7% Fe; 34,9% C; 6,76% H; <0,1% CO₃²⁻.

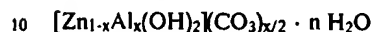
DE 40 34 305 A1

Mg/Fe = 3,04; Fe/Laurat = 0,94; 48,3 Gew.-% Laurat.
 $x = 0,25$; $a = 0,26$.

Beispiel 5

Umsetzung der Zn/Al-Phase mit Laurinsäure

Die Zn/Al-Phase der Idealformel



mit $x = 0,17$ wurde synthetisiert durch Reaktion von Zinkoxid mit wäßriger, natriumcarbonathaltiger Aluminiumnitrat-Lösung. Nach Filtration und Waschen wurde das Produkt getrocknet. 40 g dieser Phase wurden mit 18,8 g Laurinsäure in 300 ml Isopropanol unter Rückflußtemperatur umgesetzt. Nach dem Abfiltrieren und Waschen mit Isopropanol wurde das Produkt bei 105°C und 100 mbar getrocknet.

Auswaage: 51,9 g hydrophobierte Zn/Al-Phase.

Analysen:

39,1% Zn; 3,3% Al; 30,4% C; 5,78% H; $< 0,1\% CO_3^{2-}$.

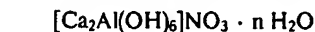
Zn/Al = 4,89; Al/Laurat = 0,58; 42 Gew.-% Laurat.

$x = 0,17$; $a = 0,29$.

Beispiel 6

Umsetzung von Hydrocalumit mit Laurinsäure

Hydrocalumit der Idealformel



wurde durch die Reaktion von Calcium- und Aluminiumnitrat in alkalischer Lösung unter Luftausschluß synthetisiert. Nach Filtration und Waschen wurden 20 g des getrockneten Produktes mit 12,2 g Laurinsäure in 300 ml Wasser für 5 h bei 70°C umgesetzt, gewaschen und bei 110°C und 100 mbar getrocknet.

Auswaage: 27,3 g hydrophobierter Hydrocalumit.

Analysen:

30,5% Ca; 9,7% Al; 34,5% C; 7,15% H.

Ca/Al = 2,12; Al/Laurat = 1,50; 47,7 Gew.-% Laurat.

$x = 0,32$; $a = 0,21$.

Beispiel 7

Herstellung einer Zn/Al-Phase und Umsetzung mit Laurinsäure

Eine Lösung aus 178,5 g Zinknitrat (0,6 mol) und 75,0 g Aluminiumnitrat (0,2 mol) wurde zu einer alkalischen Natriumcarbonatlösung gegeben, sodaß der pH-Wert immer größer 9 war. Nach vollendeter Zugabe wurde für 5 Stunden auf 70°C erhitzt, danach abfiltriert und gewaschen. Bis zur Massenkonzanz wurde das farblose Produkt bei 110°C getrocknet.

Auswaage: 70 g farbloses Pulver.

Analytik: 33,5% Zn; 16,5 Al ($x = 0,5$).

10 g des Pulvers wurden in 200 ml Tetrahydrofuran mit 1,25 g Laurinsäure unter Rückfluß für 5 h bei 70°C umgesetzt, danach abfiltriert, gewaschen und bei 110°C und 100 mbar getrocknet.

Auswaage: 10,9 g teilhydrophobierte Zn/Al-Phase.

Analytik:

30,5% Zn; 15,3% Al; 6,95% C; 8,0% CO_3^{2-} .

Al/Laurat = 11,76; 9,61 Gew.-% Laurat.

$x = 0,5$; $a = 0,05$; $b = 0,24$.

Beispiel 8

Umsetzung von nitrathaltigem Hydrotalcit mit Natriumcapronat entsprechend Beispiel 3

Auswaage: 24,6 g hydrophobierter Hydrotalcit.

Analytik:

22,5% Mg; 7,0% Al; 5,11% C; 8,5% NO_3^- .

DE 40 34 305 A1

Al/Capronat = 3,66; 8,17 Gew.-% Capronat.
 $x = 0,22$; $a = 0,08$; $b = 0,12$.

Beispiel 9

Umsetzung von nitrathaltigem Hydrotalcit mit Natriumstearat nach Beispiel 3

Auswaage: 35,4 g hydrophobierter Hydrotalcit.
 Analytik:
 12,9% Mg; 4,0% Al; 32,6% C; 4,7% NO_3^- .
 Al/Stearat = 0,98; 42,8 Gew.-% Stearat.
 $x = 0,22$; $a = 0,22$; $b = 0,10$.

Beispiel 10

Umsetzung von nitrathaltigem Hydrotalcit mit neutralisierter C_{36} -Dimerfettsäure nach Beispiel 3

Auswaage: 30,7 g hydrophobierter Hydrotalcit.
 Analytik:
 21,1% Mg; 6,5% Al; 11,1% C; 7,8% NO_3^- .
 Al/Dicarboxylat = 9,38; 14,5 Gew.-% Dicarboxylat.
 $x = 0,22$; $a = 0,06$; $b = 0,16$.

Beispiel 11

Umsetzung einer Zn/Al-Phase mit Stearinsäure im Knetter

60 g $[\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x(\text{OH})_2](\text{CO}_3)_{x/2} \cdot z \text{H}_2\text{O}$ mit $x = 0,24$ wurden mit 20,1 g Stearinsäure bei 80°C in einem Knetter miteinander für 3 h zur Reaktion gebracht. Dabei resultierte ein farbloses Pulver.

Auswaage: 79,0 g hydrophobierte Zn/Al-Phase.
 Analytik:
 38,6% Zn; 5,1% Al; 20,7% C.
 Al/Stearat = 1,97; 27,1 Gew.-% Stearat.
 $x = 0,24$; $a = 0,13$.

Beispiel 12

Umsetzung von nitrathaltigem Hydrotalcit mit Stearinsäure im Knetter

40 g der Hydrotalcit-Phase $[\text{Mg}_{1-x}\text{Al}_x(\text{OH})_2](\text{NO}_3)_x \cdot z \text{H}_2\text{O}$ mit $x = 0,25$ wurden mit 40 ml Isopropanol zu einer pastenförmigen Konsistenz verknetet und anschließend mit 8,5 g Stearinsäure versetzt. Nach Zugabe von 5 ml konzentriertem Ammoniak (25%ig) wurde der Knetter auf 80°C erwärmt und bis zur Trocknung verknetet.

Auswaage: 47,0 g hydrophobierter Hydrotalcit.

Zur Zersetzung des Ammoniumnitrats wird das Produkt vorsichtig bei 200°C getrocknet.

Analytik:
 18,3% Mg; 6,9% Al; 15,5% C; 6,99% NO_3^- .
 Al/Stearat = 3,57; 20,3 Gew.-% Stearat.
 $x = 0,25$; $a = 0,07$; $b = 0,11$.

Beispiel 13

Herstellung einer Mg/Bi-Phase und Umsetzung mit Laurinsäure

Eine Lösung aus 237 g Wismutnitrat (0,6 mol) in verdünnter Salpetersäure wurden mit einer Lösung von 461,5 g Magnesiumnitrat (1,8 mol) vereinigt und verrührt. Diese Mischung wurde zu einer alkalischen Natriumcarbonat-Lösung, die stets in Überschuß vorhanden war, unter intensivem Rühren gegeben. Dabei trat eine gelbliche Fällung auf, die im Laufe der Reaktionszeit farblos wurde. Zur Reaktionsvervollständigung erwärmte man die Suspension auf 80°C . Nach dem Abkühlen wurde abfiltriert, gewaschen und getrocknet. Zur Auswaage kamen 285 g eines farblosen Pulvers.

Analytik: 10,0% Mg; 56,0% Bi; $x = 0,39$.

135 g des Pulvers wurden in 400 ml Isopropanol suspendiert und mit einer Lösung aus 56,1 g Laurinsäure in 200 ml Isopropanol versetzt. Die erhaltene Suspension wurde 5 h auf Rückfluß erhitzt, anschließend filtriert,

DE 40 34 305 A1

gewaschen und getrocknet.

Auswaage: 180 g hydrophobierte Mg/Bi-Phase.

Analytik:

5 7,4% Mg; 47,2% Bi; 23,2% C.

Bi/Laurat = 1,40; 32,1 Gew.-% Laurat.

$x = 0,43$; $a = 0,30$.

10 Allgemeine Herstellvorschrift zur Herstellung von Alkoxylaten von Verbindungen mit aktiven H-Atomen unter Verwendung der erfindungsgemäßen Katalysatoren

15 Die zu alkoxylierende Verbindung wurde in einem Druckreaktor mit Rührwerk vorgelegt und mit den in den Beispielen 1 bis 8 hergestellten Katalysatoren, die bei 200°C und 100 mbar vorgetrocknet wurden, versetzt. Der Reaktor wurde mit Stickstoff gespült und 30 min bei einer Temperatur von 100°C evakuiert. Anschließend wurde die Temperatur auf ca. 150–160°C erhöht und Ethylenoxid bzw. Propylenoxid bei einem Druck von max. 4–5 bar aufgedrückt. Die Reaktionstemperatur der exothermen Reaktion sollte 180°C nicht überschreiten. Nach Beendigung der Reaktion ließ man 30 min nachreagieren und evakuierte ebenfalls 30 min bei 120°C. Man erhielt das gewünschte Reaktionsprodukt nach Abkühlen und Abfiltrieren des heterogenen Katalysators.

20 Unter Verwendung eines handelsüblichen C₁₂/C₁₄-Fettalkoholschnitts (Ansatzgröße jeweils 300 g Fettalkohol) wurde nach der obigen Vorschrift ein Fettalkoholethoxylat durch Anlagerung von 3 mol Ethylenoxid pro Mol Fettalkohol hergestellt.

25 In der folgenden Tabelle sind die jeweils eingesetzten Katalysatoren, die Einsatzkonzentration, die Reaktionszeit und die Hydroxylzahlen der Reaktionsprodukte aufgelistet. Desweiteren sind in den darauf folgenden Abbildungen der Beispiele 1 bis 6 die entsprechenden Produktverteilungen, die durch GC-Analyse erhalten wurden, dargestellt.

Katalysator aus	Kata.-Konz.	Zeit in h	OH-Zahl*)	Homologenverteilung (s. Anlage)	Abbildung
Beispiel 1	0,5 Gew.-%	0,75	174	gut	1
Beispiel 2	0,5 Gew.-%	1	170	gut	2
Beispiel 3	0,5 Gew.-%	0,8	173	gut	3
35 Beispiel 4	0,5 Gew.-%	2,75	176	mäßig	4
Beispiel 5	0,5 Gew.-%	3,5	178	gut	5
Beispiel 6	0,5 Gew.-%	2,3	178	mäßig	6
Beispiel 7	0,5 Gew.-%	6	**))	—	
Beispiel 8	0,5 Gew.-%	6	***))	—	

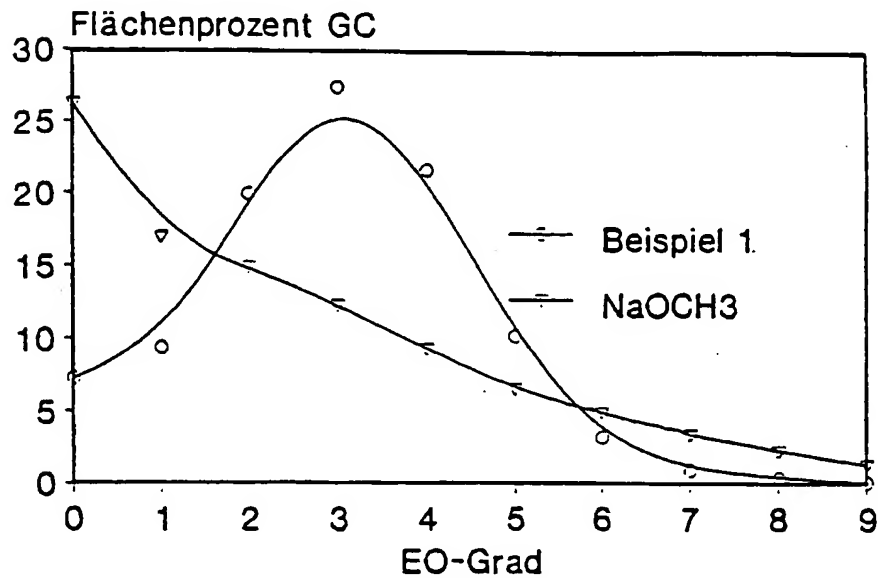
40 *) Soll = 172,6.

**) keine katalytische Aktivität.

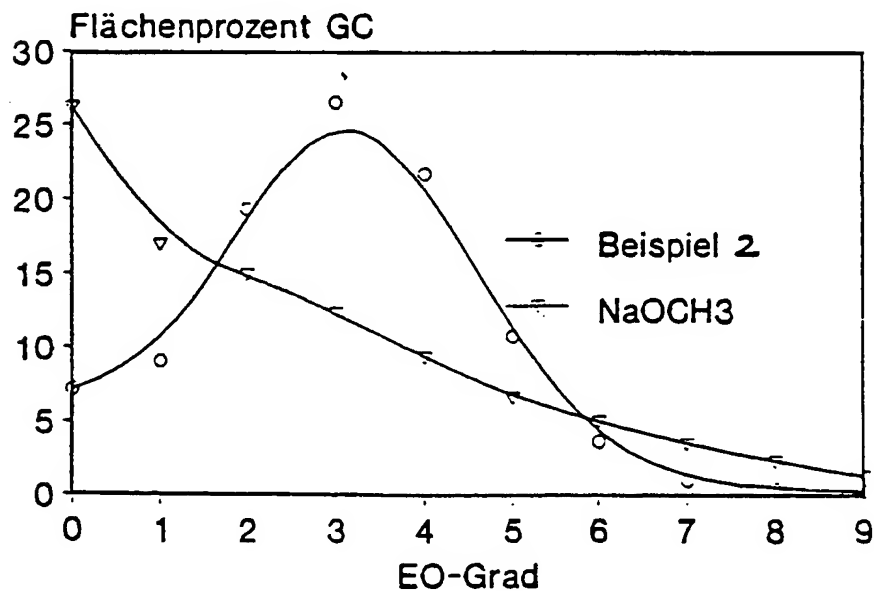
***)) unvollständige Umsetzung.

DE 40 34 305 A1

Magáldrat hydrophobiert



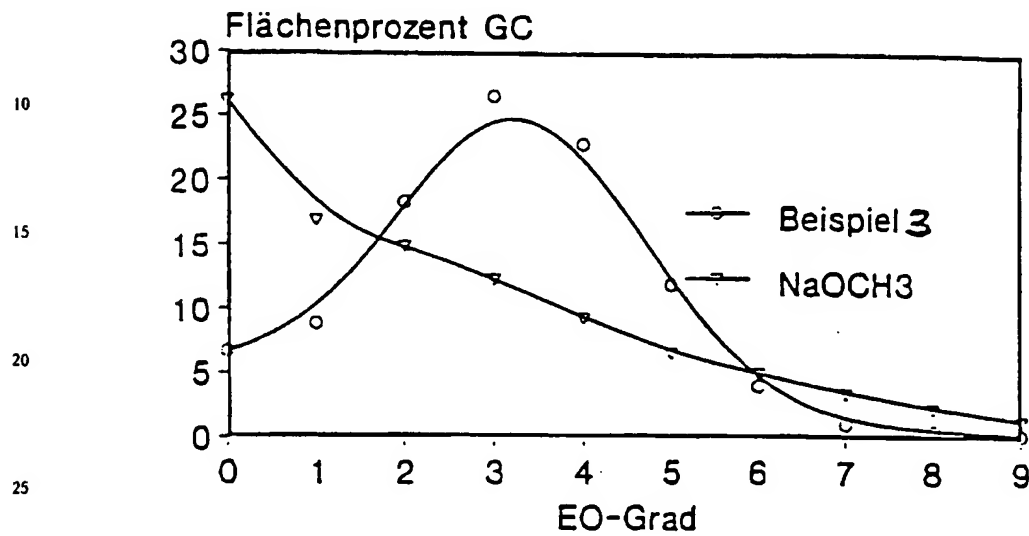
Chloridhaltiger hydrophob. Hydrotalcit



DE 40 34 305 A1

Nitrat-haltiger Hydrotalcit hydrophobiert

5

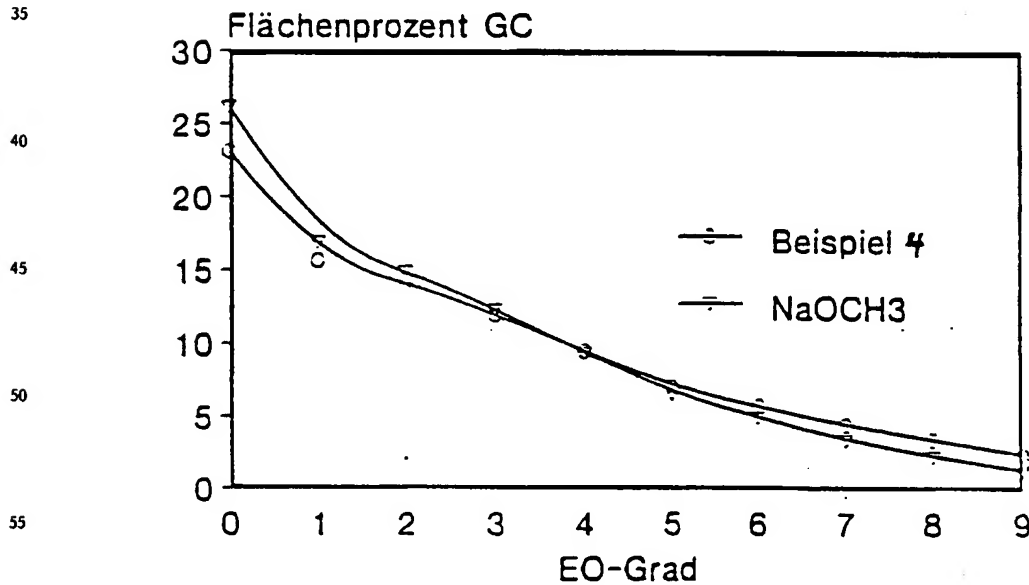


25

30

Hydrophobierter Pyroaurit

35



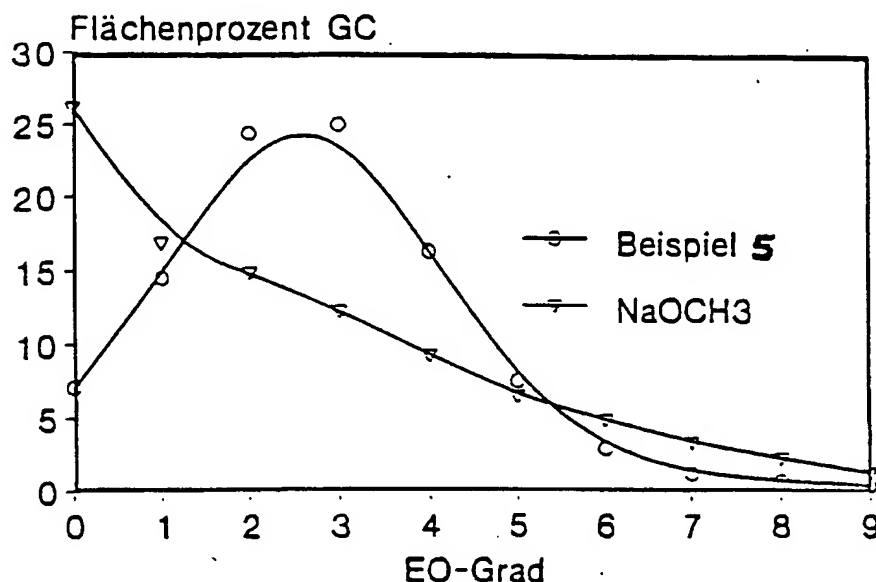
50

60

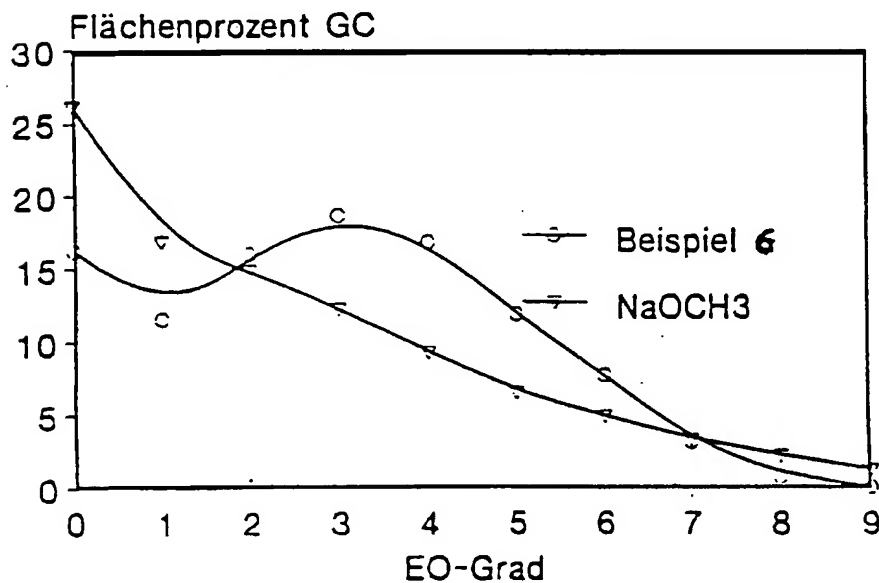
65

DE 40 34 305 A1

Zn/Al-Phase, hydrophobiert

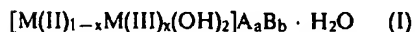


Hydrocalumit, hydrophobiert



Patentansprüche

1. Hydrophobierte Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel I



in der M(II) ein zweiwertiges Metallkation, ausgewählt aus der von Magnesium, Zink, Calcium, Eisen, Cobalt, Kupfer, Cadmium, Nickel und Mangan gebildeten Gruppe, bedeutet,
 in der M(III) ein dreiwertiges Metallkation, ausgewählt aus der von Aluminium, Eisen, Chrom, Mangan, Wismut und Cer gebildeten Gruppe, bedeutet,

DE 40 34 305 A1

in der A für ein Äquivalent eines Monoanions einer aliphatischen Monocarbonsäure mit 2 bis 34 C-Atomen oder für ein Äquivalent eines Dianions einer aliphatischen Dicarbonsäure mit 4 bis 44 C-Atomen steht, in der B ein Anion, aus der von Carbonat, Hydrogencarbonat, Sulfat, Nitrat, Nitrit, Phosphat, Hydroxid und Halogeniden gebildeten Gruppe, bedeutet, und in der die Bedingungen

$$\begin{aligned} 0,1 &\leq x \leq 0,5 \\ 0 &< a \leq 0,5 \\ 0 &\leq b \leq 0,5 \\ 0 &< a + b \leq 0,5 \\ 0 &\leq z \leq 10 \end{aligned}$$

gelten, wobei Verbindungen, die die Kombinationen von Magnesium und Aluminium mit Carbonat und/oder Sulfat enthalten, ausgeschlossen sind.

2. Doppelschichthydroxid-Verbindungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in den hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel I das Zahlenverhältnis von a zu b im Bereich von 0,49 : 0,01 bis 0,05 : 0,45, insbesondere von 0,3 : 0,02 bis 0,05 : 0,25 liegt, wobei für x, a und b die Bedingungen gemäß Anspruch 1 gelten.

3. Doppelschichthydroxid-Verbindungen nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Anionen A von Monocarbonsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen abgeleitet sind.

4. Doppelschichthydroxid-Verbindungen nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen, bezogen auf ihr Gesamtgewicht 15 bis 70 Gew.-%, insbesondere 20 bis 50 Gew.-%, der Anionen A von Monocarbonsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen enthalten.

5. Doppelschichthydroxid-Verbindungen nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Dianionen von aliphatischen Dicarbonsäuren, einschließlich Dimerfettsäuren, mit 8 bis 36 Kohlenstoffatomen abgeleitet sind.

6. Doppelschichthydroxid-Verbindungen nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen, bezogen auf ihr Gesamtgewicht, 10 bis 60 Gew.-%, insbesondere 15 bis 50 Gew.-%, der Dianionen von aliphatischen Dicarbonsäuren, einschließlich Dimerfettsäuren, mit 8 bis 36 Kohlenstoffatomen enthalten.

7. Verfahren zur Herstellung von hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel I, dadurch gekennzeichnet, daß man Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel II



in der M(II), M(III), B, x und z die in Anspruch 1 genannte Bedeutung besitzen, ausschließlich der Verbindungen, die die Kombination von Magnesium und Aluminium mit Carbonat und/oder Sulfat enthalten, mit wenigstens einer aliphatischen Monocarbonsäure mit 2 bis 34 C-Atomen und/oder wenigstens einer aliphatischen Dicarbonsäure mit 4 bis 44 C-Atomen entweder

a) in einem organischen Lösungsmittel umgesetzt und das Lösungsmittel durch Trocknen bei 20 bis 150°C entfernt oder

b) durch Rühren oder Kneten direkt miteinander umgesetzt oder

c) die Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel II mit einem Alkali- und/oder Erdalkalimetallsalz der Mono- und/oder Dicarbonsäuren in wäßriger Suspension umgesetzt.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß man bei der Umsetzung in einem organischen Lösungsmittel niedrigere Alkohole mit 1 bis 6 C-Atomen, vorzugsweise i-Propanol, offenkettige Ether, vorzugsweise Diethylether, cyclische Ether, vorzugsweise Tetrahydrofuran, und/oder Ketone, vorzugsweise Aceton, einsetzt.

9. Verfahren nach Anspruch 7 und 8, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umsetzung bei einem Molverhältnis Doppelschichthydroxid-Verbindung zu Monocarbonsäure (bzw. Dicarbonsäure) von 6 : 1 (3 : 1) bis 1 : 10 (1 : 5), vorzugsweise 23 : 1 (1,5 : 1) bis 1 : 3 (1 : 1,5) bei Temperaturen von 20 bis 120°C, vorzugsweise 40 bis 100°C, durchführt.

10. Verfahren nach Anspruch 7 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man das organische Lösungsmittel in 0,5 bis 3 Stunden, vorzugsweise 1 bis 2 Stunden, bei Temperaturen von 20 bis 150°C, vorzugsweise 50 bis 120°C, durch Trocknen entfernt.

11. Verwendung der hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen der allgemeinen Formel I nach Anspruch 1 bis 9, ausschließlich der Verbindungen, die die Kombination von Magnesium und Aluminium mit Carbonat enthalten, als Alkoxylierungskatalysatoren für Verbindungen mit aktiven H-Atomen oder für Fettsäureester.

12. Verwendung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Verbindungen mit aktiven H-Atomen aus der von Fettsäuren, Hydroxyfettsäuren, Fettsäureamiden, Alkanolen, Alkylphenolen, Polyglykolen, Fettaminen, Fettsäureaminen, Fettsäurealkanolamiden oder vicinal hydroxy- bzw. alkoxy-substituierten Alkanen gebildeten Gruppe ausgewählt sind.

13. Verwendung nach den Ansprüchen 11 und 12, dadurch gekennzeichnet, daß man die hydrophobierten Doppelschichthydroxid-Verbindungen in einer Menge von 0,1 bis 3 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 2 Gew.-%, bezogen auf das Endprodukt der Alkoxylierung, einsetzt.